

97-061803/06	B05 D21 E11	KA OS 95.05.17 *JP 08311085-A	B(5-BILL) D(8-B) E(5-G9C, 10-A17A, 10-A17B) .1
KAO CORP 95.05.17 95IP-118218 (95.11.26) C07F 9/09 Prepn. of basic amino acid salts of phosphoric acid ester of branched dimer alcohol for e.g. pharmaceuticals - comprises phospho-oxidn. of branched dimer alcohol, neutralisation with basic amino acid and purifien. C97-020095	Prepn. of basic amino acid salts of phosphonic acid ester of branched dimer alcohol comprises (a) phospho-oxidn. of branched dimer alcohol; (b) neutralisation of the crude dimer alkyl phosphate using basic amino acid; (c) addn. of the prod. to ketone solvent for pptn. of basic amino acid salt of branched dimer alkyl phosphate and purifien. for nonionic substance to be up to 1 wt.%. The basic amino acid is arginine, and the ketone solvent is acetone.	<u>USE/ADVANTAGE</u> The cpds. are useful for cosmetics, and pharmaceuticals. The cpds. substantially contain no nonionic cpds. harmful for smell and colour.  In an example, hexadecanol (380g, 1.52mol), and 116%	polyphosphoric acid (270g, 3.20mol) were reacted at 70 deg.C for 2 hrs. in hexane (380deg.C) to give reaction soln. Water (168g) was added to the soln., and reacted at 70 deg.C for 10 hrs. for hydrolysis to give crude 2-hexyldecylphosphoric acid contg. 1.6 wt.% of nonionic substance. The prod. was dissolved in ethanol, and reacted at 70 deg.C for 60 deg.C with arginine (265g). Acetone (3 pts.wt.) was added to the reaction prod., stirred at 25 deg.C for 1 hr. to give white ppt. The ppt. was washed in acetone, and dried for 16 hrs. to give 2-hexyl decyl phosphoric acid arginine salt contg. 0.3 wt.% of nonionic substance. (6pp062DwgNo.0/0)

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-311085

(43)公開日 平成8年(1996)11月26日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

C 07 F 9/09

識別記号

府内整理番号

9450-4H

F I

C 07 F 9/09

技術表示箇所

Z

審査請求 未請求 請求項の数3 O.L (全6頁)

(21)出願番号 特願平7-118218

(22)出願日 平成7年(1995)5月17日

(71)出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72)発明者 富士 英清

和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株式会  
社研究所内

(72)発明者 松永 明

和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株式会  
社研究所内

(72)発明者 藤生 明

和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株式会  
社研究所内

(74)代理人 弁理士 有賀 三幸 (外3名)

(54)【発明の名称】 分岐二量化アルキルリン酸塩基性アミノ酸塩の製造方法

(57)【要約】

【構成】 下記の工程(a)~(c)

工程(a) : 分岐二量化アルコールをリン酸化する工程

工程(b) : 工程(a)で得られた粗分岐二量化アルキルリン  
酸を塩基性アミノ酸で中和する工程

工程(c) : 工程(b)で得られた反応生成物をケトン系溶剤  
に加え、分岐二量化アルキルリン酸塩基性アミノ酸塩を  
析出させて分離することにより精製し、非イオン性物質  
の含有率を1重量%以下にする工程

を含む分岐二量化アルキルリン酸塩基性アミノ酸塩の製  
造方法。

【効果】 着色や悪臭の原因となる非イオン性化合物を  
実質的に含まず、香粧品、化粧品、医薬品等に使用でき  
る高品質の分岐二量化アルキルリン酸が製造できる。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の工程(a)～(c)

- 工程(a)：分岐二量化アルコールをリン酸化する工程  
 工程(b)：工程(a)で得られた粗分岐二量化アルキルリン酸を塩基性アミノ酸で中和する工程  
 工程(c)：工程(b)で得られた反応生成物をケトン系溶剤に加え、分岐二量化アルキルリン酸塩基性アミノ酸塩を析出させて分離することにより精製し、非イオン性物質の含有率を1重量%以下にする工程  
 を含むことを特徴とする分岐二量化アルキルリン酸塩基性アミノ酸塩の製造方法。

【請求項2】 工程(b)で用いる塩基性アミノ酸がアルギニンである請求項1記載の製造方法。

【請求項3】 工程(c)で用いるケトン系溶剤がアセトンである請求項1又は2記載の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、ゲルベ反応により得られる分岐二量化アルコールのリン酸エステル（以下、「分岐二量化アルキルリン酸」という。）の塩基性アミノ酸塩の製造方法に関する。更に詳しくは、色、匂いなどの品質に優れた分岐二量化アルキルリン酸塩基性アミノ酸塩の新規な製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 有機ヒドロキシ化合物のリン酸エステルは、19世紀よりヒドロキシ化合物を五酸化リン、三塩化ホスホリル等のリン酸化剤と反応させることにより得られることが知られており、そのアルカリ金属塩、アルカノールアミン塩等の塩類は、洗浄剤、繊維処理剤、乳化剤、防錆剤、液状イオン交換体、医薬品等として幅広い分野で利用されている。なかでも、ゲルベ反応により得られる分岐二量化アルコールのリン酸エステルは直鎖アルコールのリン酸エステルに比較して融点が低い、疎水性が大きいなどの性質を有するため、電子写真現像剤

(DE2224563, Gevaert-Agfa N.V. (1972))、生体膜類似物質の前駆体 (Deroo, Pool, W., Chem. Phys. Lipid s., 16(1), 60-70 (1976))、ヘアリングス (特開昭56-77218号公報) 等の用途が知られている。

【0003】 また、アルキルリン酸のアルギニン塩、特に分岐二量化アルキルリン酸のアルギニン塩は、油の種類にかかわらず安定なゲルを形成するため、化粧品基剤として幅広い応用が期待されている (特開昭58-180496号公報、特開昭63-122775号公報)。

【0004】 このように、アルキルリン酸エステル類、特に分岐二量化アルキルリン酸類は、化粧料、洗浄剤等の基剤成分として重要であるため、着色や臭気のないことが必要である。そのため、従来、アルキルリン酸エステル類を精製する種々の方法が知られている。

【0005】 従来、アルキルリン酸エステル類の精製法としては、(1)酸性リン酸エステルを脱臭処理した後、

2

ポリリン酸を添加する方法 (特公昭60-41673号公報)、(2)アルキルリン酸エステルに吸着剤を加えてヒ素等を取り除く方法 (特公昭62-45874号公報)、(3)アルキルリン酸エステルのナトリウム塩又はカリウム塩を有機溶剤から析出させて分離する方法 (特公昭60-41674号公報)、(4)炭化水素と低級アルコールー水とを用いてアルキルリン酸エステルから未反応のオルトリリン酸を水層に抽出除去し (特公昭63-47715号公報)、又は更に炭化水素層に混入する低級アルコール及び水を共沸蒸留により除去して (特公平2-46040号公報) 再結晶ないしトップピングする方法、(5)炭化水素と低級アルコールー水とを用いてアルキルリン酸エステル塩から非イオン性化合物を抽出除去する方法 (特公平3-27558号公報)、(6)電気透析によりアルキルリン酸から過剰のリン酸を取り除く方法 (特開昭61-129189号公報)、(7)アルキルリン酸エステルアルギニン塩をメタノールから析出させて分離する方法 (特開昭58-180496号公報) 等が提案されている。

【0006】 しかし、分岐二量化アルキルリン酸類中には、未反応の分岐二量化アルコール、分岐二量化アルコール中の不純物、着色成分、更にはリン酸化中に副生する炭化水素等の非イオン性物質が含まれ、特に副生炭化水素は色、匂い等の品質面に悪影響を及ぼすため、化粧料等の基剤成分として用いる上での問題となっているが、上記精製法のうち(5)以外の方法ではこの非イオン性物質を除去することができない。また、方法(5)は非イオン性物質を除去する方法ではあるが、分岐二量化アルキルリン酸アルギニン塩のような塩基性アミノ酸塩の場合には溶液抽出ができないため、これに適用することはできないという問題がある。そこで、分岐二量化アルキルリン酸塩基性アミノ酸塩の精製には方法(7)のように溶媒から析出させる方法が考えられるが、方法(7)では非イオン性物質を除去することができなかった。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】 従って、本発明は着色や悪臭の原因となる非イオン性化合物を実質的に含まず、香粧品、化粧品、医薬品等に使用できる高品質の分岐二量化アルキルリン酸塩基性アミノ酸塩の製造方法を提供することを目的とする。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】かかる実情において、本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、リン酸化反応後の粗分岐二量化アルキルリン酸をケトン系溶媒に加え、これから分岐二量化アルキルリン酸塩基性アミノ酸塩を析出させて分離することにより、炭化水素等の非イオン性物質が効率的に除去されること、及び非イオン性物質の含有率が1重量%以下に抑えられると、色、匂い等の点でほとんど問題がなくなり、高品質な分岐二量化アルキルリン酸となることを見出し、本発明を完成した。

【0009】 すなわち、本発明は下記の工程(a)及び(b)

工程(a)：分岐二量化アルコールをリン酸化する工程  
 工程(b)：工程(a)で得られた粗分岐二量化アルキルリン酸を塩基性アミノ酸で中和する工程  
 工程(c)：工程(b)で得られた反応生成物をケトン系溶剤に加え、分岐二量化アルキルリン酸塩基性アミノ酸塩を析出させて分離することにより精製し、非イオン性物質の含有率を1重量%以下にする工程  
 を含むことを特徴とする分岐二量化アルキルリン酸塩基性アミノ酸塩の製造方法。

【0010】本発明において用いられる分岐二量化アルコールは、ゲルベ反応により得られるものであるが、炭素数4～15、特に炭素数6～12のアルコールを原料として得られるものが好ましい。具体的には、2-ブチルオクタノール、2-ヘキシルデカノール、2-ヘプチルウンデカノール、2-オクチルドデカノール、2-デシルテトラデカノール、2-ドデシルヘキサデカノール等が挙げられ、中でも2-ヘキシルデカノール及び2-ヘプチルウンデカノールが好ましい。これらの分岐二量化アルコールは単独で又は2種以上を組合せて使用することができる。

【0011】リン酸化工程(a)におけるリン酸化反応の方法としては、例えば、アルコールとオキシ塩化リンを反応させて得られるモノホスホロジクリドートを加水分解する方法(K. Sasse編: Methoden der Organischen Chemie, 第12/2巻, 163～164頁、及び特開昭50-64226号公報)、アルコールにあらかじめ一定量の水を添加し、次いで五酸化リンを反応させる方法(特公昭41-14416号公報)、アルコールにオルトリリン酸及び五酸化リンを反応させる方法(特公昭42-6730号公報)、アルコールと縮合リン酸(ポリリン酸)を反応させる方法(A. K. Nelson et al., Inorg. Chem., 2, 775(1963)、F. B. Clarke et al., J. Amer. Chem. Soc., 88, 4401(1966)、及び特公昭43-26492号公報)等が挙げられ、いずれの方法によってもよい。

【0012】例えばポリリン酸を用いてリン酸化反応を行う場合、用いるポリリン酸は、オルトリリン酸に換算して110～120%、特に112～116%の濃度のものが好ましい。110%未満のポリリン酸では十分な反応率が得られず、120%を超えるポリリン酸は粘稠で操作が困難であり、しかもアルキルリン酸の分解反応が併発して炭化水素等の非イオン性物質の副生が多くなるため好ましくない。またその使用量は分岐二量化アルコールに対し1～10当量、特に2～3当量が好ましい。

【0013】ポリリン酸によるリン酸化反応は、溶媒を用いずに行ってもよいが、操作性の向上のために炭素数4～8の直鎖もしくは分岐の飽和炭化水素又は飽和環式炭化水素、例えばn-ペンタン、n-ヘキサン、シクロヘキサン等を溶媒として用いて行ってよい。リン酸化反応は、60～100°Cで1～16時間行い、その後反応混合物に対し1～30重量%の水を加えて60～100°Cで1～20時間加水分解反応を行う。反応混合物は静置によって短時間

のうちに分層し、軽液層から常圧又は減圧で溶媒を留去することにより、酸性の粗分岐二量化アルキルリン酸を得られる。

【0014】次に、工程(b)において中和剤として用いられる塩基性アミノ酸としては、例えばリシン、アルギニン、ヒスチジン等が挙げられるが、取扱いやすさ及び価格の点から特にアルギニンが好ましい。これらの塩基性アミノ酸は、粉末のまま又は水溶液として使用することができるが、精製の容易さから粉末で用いる方が好ましい。

【0015】塩基性アミノ酸による中和は、例えば、工程(a)で得られた酸性の粗分岐二量化アルキルリン酸100重量部に対し、適当な溶媒を50～500重量部加えた後、塩基性アミノ酸を酸価に対して0.5～3当量加えることにより行われる。溶媒としては、メタノール、エタノール、プロパンノール等のアルコール系溶媒のほか、THF等のエーテル系溶媒やジクロロメタン等のハロゲン化炭化水素系溶媒でも数%の水分を含んでいるものであれば使用することができる。中和反応の反応温度は70～80°Cが好ましく、反応時間は5～10時間が好ましい。

【0016】工程(c)では、工程(b)で得られた反応溶液をケトン系溶剤に加えて析出させる。このときの温度は0～40°C、特に20～30°Cが好ましい。0°C未満では非イオン性物質がケトン系溶剤中に溶出しにくく、40°Cを超えるとケトン系溶剤への目的物の溶解量が多くなり、収率が低下してしまう。

【0017】ここで用いられるケトン系溶剤としては、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサン等が挙げられるが、結晶性の良さと乾燥の容易さから、特に30アセトンが好ましい。またケトン系溶剤の量は粗分岐二量化アルキルリン酸塩基性アミノ酸塩の1～10倍、特に2～5倍が好ましい。

【0018】ケトン系溶剤中に析出した結晶をろ過等の方法で取り出し、常圧又は減圧下で乾燥することにより、精製分岐二量化アルキルリン酸塩基性アミノ酸塩が得られる。更に、非イオン性物質の除去が不十分であった場合にはケトン系溶剤による洗浄と分離を繰り返して行い、非イオン性物質の含有量を1重量%以下とする。

【0019】かくして得られた分岐二量化アルキルリン酸塩基性アミノ酸塩は、色、匂い等の品質に優れ、化粧品等の用途に好適に使用することができる。

【0020】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。以下の実施例及び比較例において、非イオン性物質の含有量の測定は石油エーテル抽出法により行った。色相は、試料の10%エタノール溶液を調製し、分光光度計を用いてエタノールを対照に波長420nm、試料セル10mmで吸光度を測定し、その値に係数1000を乗じた値(クリット)で示した。また、匂いは官能試験で判定した。な

お、未精製のリン酸エステルについては、同量のエタノールを加え、酸価に対して1当量のアルギニンを加えた後、78°Cで6時間反応させ、100Torr、60°Cで溶媒を留去し、匂いの官能試験に供した。

#### 【0021】実施例1

市販の2-ヘキシルデカノール（新日本理化社製エヌジエコール160BRA）380g（1.52モル）と116%ポリリン酸270g（3.20モル）を、ヘキサン380g中、70°Cで2時間反応させた。この反応溶液に水168gを加え、70°Cで10時間加水分解反応を行い、余剰のビロリン酸を分解した。この反応液を静置して分層し、抽出軽液から溶媒分を留去し、酸性の粗2-ヘキシルデシルリン酸を得た。この粗2-ヘキシルデシルリン酸中の非イオン性物質含有量は1.6重量%であった。また、このものの色相はクレット32で、匂いの官能評価では異臭が認められた。この酸性粗2-ヘキシルデシルリン酸に等量のエタノールを加えて60°Cで溶解させ、アルギニン粉末265gを加えて70°Cで6時間反応させた。反応液は透明となり、これを粗2-ヘキシルデシルリン酸の3倍量のアセトンに加えて25°Cで1時間攪拌したところ白色の結晶が生成した。この結晶をろ過して取り出し、更に3倍量のアセトンで2回洗浄した後、16時間減圧乾燥して精製物を得た。得られた2-ヘキシルデシルリン酸アルギニン塩中の非イオン性物質含有量は0.3重量%であった。また、このものの色相はクレット10で、匂いの官能評価は良好であった。

#### 【0022】実施例2

市販の2-ヘプチルウンデカノール（三菱化学社製ダイヤドール18GT）300g（1.10モル）と112%ポリリン酸289g（3.30モル）を、ヘキサン300g中、70°Cで16時間反応させた。この反応溶液に水116gを加え、70°Cで10時間加水分解反応を行い、余剰のビロリン酸を分解した。この反応液を静置して分層し、抽出軽液から溶媒分を留去し、酸性の粗2-ヘプチルウンデシルリン酸を得た。この粗2-ヘプチルウンデシルリン酸中の非イオン性物質含有量は2.6重量%であった。また、このものの色相はクレット38で、匂いの官能評価では異臭が認められた。この酸性粗2-ヘプチルウンデシルリン酸100gを、薄膜蒸留器中、160°C、20Torrで、水蒸気165gと100g/hrで接触させて精製した。次いでこれに等量のエタノールを加えて60°Cで溶解させ、アルギニン粉末192gを加え70°Cで6時間反応させた。反応液は透明となり、これを粗2-ヘプチルウンデシルリン酸の3倍量のアセトンに加えて25°Cで1時間攪拌したところ白色の結晶が生成した。この結晶をろ過して取り出し、更に3倍量のアセトンで2回洗浄した後、16時間減圧乾燥して精製物を得た。得られた2-ヘプチルウンデシルリン酸アルギニン塩中の非イオン性物質含有量は0.2重量%であった。また、このものの色相はクレット12で、匂いの官能評価は良好であった。

#### 【0023】実施例3

市販の2-ヘキシルデカノール（新日本理化社製エヌジエコール160BRA）300g（1.23モル）と116%ポリリン酸234g（2.77モル）を、ヘキサン300g中、70°Cで2時間反応させた。この反応溶液に水138gを加え、70°Cで10時間加水分解反応を行い、余剰のビロリン酸を分解した。この反応液を静置して分層し、抽出軽液から溶媒分を留去し、酸性の粗2-ヘキシルデシルリン酸を得た。この粗2-ヘキシルデシルリン酸中の非イオン性物質含有量は1.7重量%であった。また、このものの色相はクレット32で、匂いの官能評価では異臭が認められた。この酸性粗2-ヘキシルデシルリン酸に等量のエタノールを加えて60°Cで溶解させ、アルギニン粉末272gを加えて70°Cで6時間反応させた。反応液は透明となり、これを粗2-ヘキシルデシルリン酸の3倍量のアセトンに加えて25°Cで1時間攪拌したところ白色の結晶が生成した。この結晶をろ過して取り出し、更に3倍量のアセトンで2回洗浄した後、10時間減圧乾燥して精製物を得た。得られた2-ヘキシルデシルリン酸アルギニン塩中の非イオン性物質含有量は0.4重量%であった。また、このものの色相はクレット10で、匂いの官能評価は良好であった。

#### 【0024】実施例4

市販の2-ヘキシルデカノール（新日本理化社製エヌジエコール160BRA）300g（1.23モル）と116%ポリリン酸234g（2.77モル）を、ヘキサン300g中、70°Cで2時間反応させた。この反応溶液に水138gを加え、70°Cで10時間加水分解反応を行い、余剰のビロリン酸を分解した。この反応液を静置して分層し、抽出軽液から溶媒分を留去し、酸性の粗2-ヘキシルデシルリン酸を得た。この粗2-ヘキシルデシルリン酸中の非イオン性物質含有量は1.7重量%であった。また、このものの色相はクレット32で、匂いの官能評価では異臭が認められた。この酸性粗2-ヘキシルデシルリン酸に等量のエタノールを加えて60°Cで溶解させ、ヒスチジン粉末190.7gを加えて70°Cで6時間反応させた。反応液は透明となり、これを粗2-ヘキシルデシルリン酸の3倍量のアセトンに加えて25°Cで1時間攪拌したところ白色の結晶が生成した。この結晶をろ過して取り出し、更に3倍量のアセトンで2回洗浄した後、減圧乾燥して精製物を得た。得られた2-ヘキシルデシルリン酸ヒスチジン塩中の非イオン性物質含有量は0.4重量%であった。また、このものの色相はクレット10で、匂いの官能評価は良好であった。

#### 【0025】実施例5

市販の2-ヘプチルウンデカノール（三菱化学社製ダイヤドール18GT）70.6g（0.258モル）、75%リン酸20.3g（0.077モル）及び五酸化リン39.3g（0.271モル）を混合し70°Cで3時間反応させた後、更に2-ヘプチルウンデカノール73.0g（0.266モル）を加え、3時間反応させた。この反応溶液に水8.74gを加え、70°Cで12時間加水分解反応を行い、余剰のビロリン酸を分解した。この反応液にヘキサン144g及びイソプロピルアルコール27.6

g を加え、抽出軽液から溶媒分を留去し、酸性の粗2-ヘプチルウンデシルリン酸を得た。この粗2-ヘプチルウンデシルリン酸中の非イオン性物質含有量は2.0重量%であった。また、このものの色相はクレット30で、匂いの官能評価では異臭が認められた。この酸性粗2-ヘプチルウンデシルリン酸に等量のエタノールを加えて60℃で溶解させアルギニン粉末45.0 g を加え70℃で6時間反応させた。反応液は透明となり、これを粗2-ヘプチルウンデシルリン酸の3倍量のアセトンに加えて25℃で1時間攪拌したところ白色の結晶が生成した。この結晶をろ過して取り出し、更に3倍量のアセトンで2回洗浄した後、減圧乾燥して精製物を得た。得られた2-ヘプチルウンデシルリン酸アルギニン塩中の非イオン性物質含有量は0.7重量%であった。また、このものの色相はクレット9で、匂いの官能評価は良好であった。

## 【0026】比較例1

市販の2-ヘプチルウンデカノール（三菱化学社製ダイヤドール18GT）300 g（1.10モル）と116%ポリリン酸209 g（2.48モル）を、ヘキサン300 g中、70℃で2時間反応させた。この反応溶液100 gに対して水123 gを加え、70℃で10時間加水分解反応を行い、余剰のピロリン酸を分解した。この反応液を静置して分層し、抽出軽液から溶媒分を留去し、酸性の粗2-ヘプチルウンデシルリン酸を得た。この粗2-ヘプチルウンデシルリン酸中の非イオン性物質含有量は2.0重量%であった。また、このものの色相はクレット32で、匂いの官能評価では異臭が認められた。この酸性粗2-ヘプチルウンデシルリン酸に等量のエタノールを加えて60℃で溶解させ、48%水酸化カリウム水溶液129 gを加え70℃で2時間反応させた。反応液は白濁し、これを粗2-ヘプチルウンデシルリン酸の3倍量のアセトンに加えて25℃で1時間攪拌したところ凝聚し、直径2～5 cmの白色の球形物質となった。この物質をろ過して取り出し、更に3倍量のアセトンで2回洗浄した後、5日間減圧乾燥して精製物を得た。得られた2-ヘプチルウンデシルリン酸カリウム塩中の非イオン性物質含有量は2.0重量%であった。また、このものの色相はクレット10で、匂いの官能評価では異臭が認められた。

## 【0027】比較例2

市販の2-ヘプチルウンデカノール（三菱化学社製ダイヤドール18GT）300 g（1.10モル）と116%ポリリン酸209 g（2.48モル）を、ヘキサン300 g中、70℃で2時間反応させた。この反応溶液に水123 gを加え、70℃で10時間加水分解反応を行い、余剰のピロリン酸を分解した。この反応液を静置して分層し、抽出軽液から溶媒分を留去し、酸性の粗2-ヘプチルウンデシルリン酸を得た。この粗2-ヘプチルウンデシルリン酸中の非イオン性物質含有量は1.6重量%であった。また、このものの色相はクレット32で、匂いの官能評価では異臭が認められた。この酸性粗2-ヘプチルウンデシルリン酸に等量のエタノー

ルを加えて60℃で溶解させ、アルギニン粉末192 g を加え70℃で6時間反応させた。反応液は透明となり、これを粗2-ヘプチルウンデシルリン酸の3倍量のヘキサンに加えて25℃で1時間攪拌したところ白色のゲルが生成した。このゲルをろ過して取り出し、更に3倍量のヘキサンで2回洗浄した後、5日間減圧乾燥して精製物を得た。得られた2-ヘプチルウンデシルリン酸アルギニン塩中の非イオン性物質含有量は1.3重量%であった。また、このものの色相はクレット10で、匂いの官能評価では異臭が認められた。

## 【0028】比較例3

市販の2-ヘプチルウンデカノール（三菱化学社製ダイヤドール18GT）300 g（1.10モル）と116%ポリリン酸209 g（2.48モル）を、ヘキサン300 g中、70℃で2時間反応させた。この反応溶液に水123 gを加え、70℃で10時間加水分解反応を行い、余剰のピロリン酸を分解した。この反応液を静置して分層し、抽出軽液から溶媒分を留去し、酸性の粗2-ヘプチルウンデシルリン酸を得た。この粗2-ヘプチルウンデシルリン酸中の非イオン性物質含有量は1.6重量%であった。また、このものの色相はクレット32で、匂いの官能評価では異臭が認められた。この酸性粗2-ヘプチルウンデシルリン酸に等量のエタノールを加えて60℃で溶解させ、アルギニン粉末192 g を加え70℃で6時間反応させた。反応液は透明となり、これを粗2-ヘプチルウンデシルリン酸の3倍量のメタノールに加えて25℃で1時間攪拌したところ白色のペースト状物質が生成した。この物質をろ過して取り出し、更に3倍量のメタノールで2回洗浄した後、5日間減圧乾燥して精製物を得た。得られた2-ヘプチルウンデシルリン酸アルギニン塩中の非イオン性物質含有量は1.4重量%であった。また、このものの色相はクレット15で、匂いの官能評価では異臭が認められた。

## 【0029】比較例4

市販の2-ヘプチルウンデカノール（三菱化学社製ダイヤドール18GT）300 g（1.10モル）と116%ポリリン酸209 g（2.48モル）を、ヘキサン300 g中、70℃で2時間反応させた。この反応溶液に水123 gを加え、70℃で10時間加水分解反応を行い、余剰のピロリン酸を分解した。この反応液を静置して分層し、抽出軽液から溶媒分を留去し、酸性の粗2-ヘプチルウンデシルリン酸を得た。この粗2-ヘプチルウンデシルリン酸中の非イオン性物質含有量は1.6重量%であった。また、このものの色相はクレット31で、匂いの官能評価では異臭が認められた。この酸性粗2-ヘプチルウンデシルリン酸に等量のエタノールを加えて60℃で溶解させ、アルギニン粉末192 g を加え70℃で6時間反応させた。反応液は透明となり、この溶液100 gを抽出容器に入れ、ヘキサン600 g、イソプロピルアルコール50 g及び水600 gを加えて攪拌したところ、均一なゲル状の液体となり、抽出操作を行うことができなかった。

(6)

9

特開平8-311085

10

【0030】

【発明の効果】本発明によれば、着色や悪臭の原因となる非イオン性化合物を実質的に含まず、香粧品、化粧

品、医薬品等に使用できる高品質の分岐二量化アルキル  
リン酸塩基性アミノ酸塩が製造できる。